

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-302766

(43)Date of publication of application : 14.11.1995

---

(51)Int.Cl. H01L 21/205  
C30B 25/02  
C30B 25/12

---

(21)Application number : 06-117448

(71)Applicant : JAPAN ENERGY CORP

(22)Date of filing : 09.05.1994

(72)Inventor : MAKINO NAGAHITO  
KAWABE MANABU

---

(54) VAPOR GROWING METHOD

## (57)Abstract:

PURPOSE: To enable the attainment of the coated amount to a specific level in the coating step to be judged by judging the terminal of the coating step from the surface temperature of a substrate mounting member in the coating step.

CONSTITUTION: A substrate mounting member mounted with an InP substrate is arranged in a crystal growing chamber while feeding PH<sub>3</sub> in net volume of 100cc to the growing chamber to keep the substrate mounting member at the growing temperature (650° C) and after the stabilization of the temperature, AsH<sub>3</sub>, TMI and TEG in the flow rate corresponding to the composition of an InGaAs film are led in for the time when the film grows about 1 μm. Later, after the substrate mounting member reaches the room temperature, the InP substrate after growing the epitaxial film is taken out to measure the PL wavelength and the film thickness thereof as well as the surface temperature with the emissivity of a radiation thermometer fixed at 0.4. Through these procedures, the attainment of the specific coating amount of the film in the coating step can be judged regardless of the film composition so that the needless decision of the coating amount by preliminary experiment in every alteration of the film composition may be eliminated.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.04.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3038463

[Date of registration] 03.03.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-302766

(43) 公開日 平成7年(1995)11月14日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 L 21/205

C 3 0 B 25/02

25/12

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平6-117448

(22) 出願日 平成6年(1994)5月9日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー

東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 牧野 修仁

埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式会社ジャパンエナジー内

(72) 発明者 川辺 学

埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式会社ジャパンエナジー内

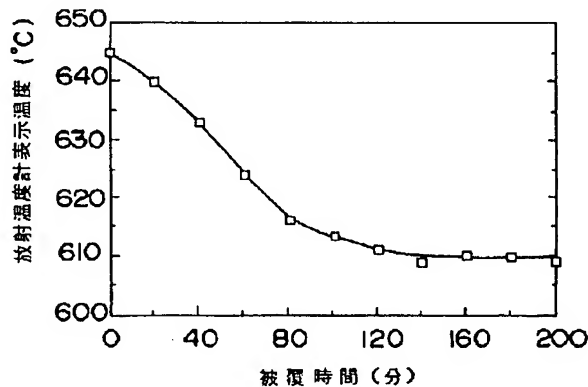
(74) 代理人 弁理士 並川 啓志

(54) 【発明の名称】 気相成長方法

(57) 【要約】

【構成】 結晶成長室内に原料ガスを導入して基板載置部材上に設置された基板の表面上に薄膜を気相成長させるにあたり、予め、基板載置部材を洗浄後、基板載置部材上の基板が載せられる領域を除く表面を、成長しようとする薄膜と同一組成の被膜で被覆する方法において、被覆工程中の基板載置部材の表面温度から被覆工程の終点を判定する。

【効果】 被覆量を決定するための予備実験が不要となり、コストを低減できる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 結晶成長室内に原料ガスを導入して基板載置部材上に設置された基板の表面上に薄膜を気相成長させるにあたり、予め、上記基板載置部材の洗浄後、同基板載置部材上の、基板が載せられる領域を除く表面を、基板に成長しようとする薄膜と同一、または同様の特性を有する被膜で被覆する方法において、上記被覆工程での上記基板載置部材の表面温度から同被覆工程の終点を判定することを特徴とする気相成長方法。

【請求項 2】 上記基板載置部材の表面温度が放射型温度計で測定されることを特徴とする請求項 1 記載の気相成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、結晶の気相成長方法さらには有機金属化学気相成長法（MOCVD）に関し、例えば気相成長装置の基板載置部材に適用して有用な技術に関する。なお、基板載置部材とは、所謂サセプタやトレーなどを含み、その表面に基板の裏面を直接接触させた状態で基板を載せるのに使用されるものをいう。

## 【0002】

【従来の技術】一般に、MOCVD などの気相成長法により、基板上にエピタキシャル膜を成長させる場合には、以下のようにしている。即ち、サセプタやトレーなどの基板載置部材上に基板を載置し、それを結晶成長室内に設置し、基板載置部材を原料ガスの分解可能な温度に保ちながら、その結晶成長室内に原料ガスを導入する。その際、成長毎の条件を一定にする見地から、基板載置部材を成長毎に洗浄する方法があるが、必ずしも再現性は得られず、また、生産性も低下することから、載置部材を予め所望量被覆する方法が本出願人により提案されている（特願平 05-310545）。所望の被覆量とは、それ以上被覆しても気相成長時に基板上に成長した薄膜の特性が変動しない最小限の被覆厚さのことである。なお、基板設置部材上の、基板が載せられる領域を除く表面は、気相成長時に被覆され続ける。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、所望の被覆量は予め実験で定めておかなければならないという問題点があった。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記の問題点を解決したもので、被膜の被覆中に所望の被覆量に達したこと（終点）を判定できるようすることを目的とする。

【0005】すなわち本発明は、結晶成長室内に原料ガスを導入して基板載置部材上に設置された基板の表面上に薄膜を気相成長させるにあたり、予め、上記基板載置部材の洗浄後、同基板載置部材上の、基板が載せられる領域を除く表面を、基板に成長しようとする薄膜と同

一、または同様の特性を有する被膜で被覆する方法において、上記被覆工程での上記基板載置部材の表面温度から同被覆工程の終点を判定することを特徴とする気相成長方法を提供するものである。

【0006】また、上記基板載置部材の表面温度が放射型温度計で測定されることを特徴とする気相成長方法を提供するものである。

【0007】まず、本発明らは、被覆工程中の基板載置部材（+被覆膜）の表面温度に着目した。

【0008】表面温度の測定手段として一般に放射温度計が用いられている。放射温度計で測定するには被測定物質の放射率を明らかにする必要がある。しかしながら、本発明において対象となるような被覆膜は 3 元素以上から構成される化合物であり、かつ、多結晶であることから、組成や表面の平滑性等により放射率が異なり、放射温度計による温度測定は困難であるとされてきた。

【0009】しかしながら、本発明者らは、温度の絶対値は必ずしも必要ではないと考えた。そこで、放射率を任意の値に固定し、被覆の進行と、その時の放射温度計の表示温度（絶対的な温度ではない）および得られたエピタキシャル膜の特性の変化を検討した。その結果、放射温度計の表示温度の変化とエピタキシャル膜の特性の変化との間に強い相関があり、温度の安定と特性の安定の時期は同じであることを見出した。

【0010】具体的には、MOCVD 法による一般的な成長条件下において、InP 基板上に膜厚約  $1\ \mu\text{m}$  の  $\text{In}_{0.73}\text{Ga}_{0.27}\text{As}_{0.61}\text{Po}_{0.39}$  膜（PL（フォトルミネッセンス）波長  $1.3\ \mu\text{m}$ ）をエピタキシャル成長させた。なお、II 族元素の有機金属原料としてトリメチルインジウム（TMI）とトリエチルガリウム（TEG）を用い、V 族元素の原料ガスとしてアルシン（ $\text{AsH}_3$ ）とホスフィン（ $\text{PH}_3$ ）を用いた。

【0011】まず、洗浄及びベーキング済みの基板載置部材に InP 基板を載置し結晶成長室内に設置した。本来は、被覆時には所謂ダミー基板をおくところであるが、エピタキシャル膜の特性と被覆量、温度との関係を確認するために本来の基板を用いた。 $\text{PH}_3$  を正味 100 cc 成長室内に通じながら基板載置部材を成長温度（ $650^\circ\text{C}$ 、熱電対にて基板載置材裏面を測定。）に昇温、保持し、基板載置部材の温度が安定してから、上記の InGaASP 膜の組成に対応する流量の  $\text{AsH}_3$ 、TMI および TEG を膜が約  $1\ \mu\text{m}$  成長する時間、導入した。

【0012】その後、TMI 及び TEG の導入を停止し、基板載置部材を冷却しながら  $\text{AsH}_3$  及び  $\text{PH}_3$  の導入を停止し、室温に達した後、成長室内からエピタキシャル膜成長後の InP 基板を取りだし、その PL 波長と膜厚を測定した。表面温度については放射温度計の放射率を 0.4 に固定し測定した。

【0013】以上の工程を 10 回繰り返した結果を図 1 に示す。3 回目からエピタキシャル膜の PL 波長が 1.3

$\mu\text{m}$ に安定し、かつ、放射温度計の表示温度も  $610^\circ\text{C}$  で安定する。したがって放射温度計の表示温度が安定した 3 回目から実際の成長に適用できることがわかる。

#### 【0014】

【実施例】本発明の実施例を以下に説明する。まず、洗浄及びベーキング済みの基板載置部材にダミー基板を載置し結晶成長室内に設置した。 $\text{PH}_3$  を正味 100 cc 成長室内に通じながら基板載置部材を成長温度 ( $650^\circ\text{C}$ 、熱電対にて基板載置材裏面を測定。) に昇温、保持し、基板載置部材の温度が安定してから、 $\text{In}_{0.73}\text{Ga}_{0.27}\text{As}_{0.61}\text{Po}_{0.39}$  膜 (PL 波長  $1.3\mu\text{m}$ ) の組成に対応する流量の  $\text{AsH}_3$ 、TMI および TEG を導入し成長を続けた。また、表面温度については放射温度計の放射率を 0.4 に固定し測定した。

【0015】このときの被覆時間と放射温度計表示温度との関係を図 2 に示す。この図から被覆時間 120 分以降、放射温度計表示温度が安定していることが分かる。上記実験では放射温度計表示温度の安定性を確認するた

め、被覆時間 200 分まで行ったが、再び同じ条件で被膜を成長させ、放射温度計表示温度を測定して、20 分間での温度変化が  $3^\circ\text{C}$  以下となった被覆時間 140 分の時点で被膜の成長を終了し、ダミー基板に替え InP 基板を用いて上記組成の InGaAsP 膜を成長させた結果、1 回目から所望の組成の膜を成長させることができた。

#### 【0016】

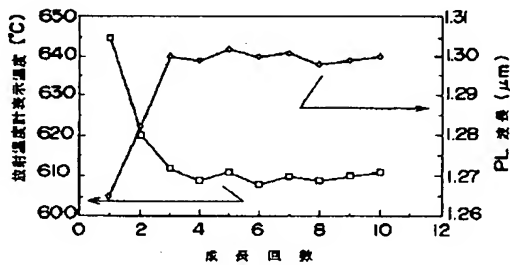
【発明の効果】本発明によれば、被膜の被覆中に所望の被覆量に達したこと (終点) を被膜の組成に関係なく判定できるので、被膜の組成を変える度に予備実験で被覆量を決定するといった無駄を省くことができコスト低減に効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】被膜の成長回数とその PL 波長との関係を示す図である。

【図 2】被覆時間と放射温度計表示温度との関係を示す図である。

【図 1】



【図 2】

